

PENGARUH PEMANASAN TERHADAP CAMPURAN MEMBRAN POLIETERSULFON-ZEOLIT UNTUK PEMISAHAN KARBONDIOKSIDA

Burhanudin Ahmad(L2C605122) dan I Gede Gangga WW(L2C605146)

Jurusan Teknik Kimia, Fak. Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058
Pembimbing: Dr. Tutuk Djoko Kusworo ST, MEng.

Abstrak

Gas karbondioksida merupakan salah satu polutan udara yang saat ini masih mendapat perhatian yang sangat serius. Pada penelitian ini dilakukan pemisahan CO₂ dari udara dengan menggunakan campuran membran asimetrik polietersulfon - zeolit. Variabel yang ada pada penelitian ini yaitu pemanasan dan tanpa pemanasan yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh proses pemanasan terhadap permeasi gas. Untuk membran tanpa pemanasan, kecepatan permeasi gas N₂ hampir konstan terhadap perubahan tekanan. Sedangkan kecepatan permeasi gas CO₂ semakin besar dengan bertambahnya tekanan. Suhu pemanasan mempunyai pengaruh besar terhadap sifat perpindahan gas. Membran yang dipanaskan, dense skin layer-nya lebih tebal dan porous substrukturnya semakin dense dibandingkan dengan membran tanpa pemanasan. Pada tekanan yang sama, permeabilitas membran dengan pemanasan lebih kecil dibandingkan dengan tanpa pemanasan sedangkan selektivitasnya lebih besar.

Kata kunci : asimetrik membran, pemisahan gas, karbondioksida, pemanasan, plastisisasi

1. Pendahuluan

Saat ini sistem pemisahan gas menggunakan membran sudah banyak dikembangkan dalam skala laboratoium maupun industri. Hal ini dikarenakan kemampuan membran sebagai sistem pemisahan memberikan efisiensi yang lebih besar, pengoperasian yang sederhana, dan kebutuhan energi yang sedikit dibandingkan dengan proses pemisahan konvensional dalam beberapa aplikasi.

Pemisahan gas menggunakan membran didasarkan pada perbedaan kelarutan gas-gas dan difusifitas dari membran. Karakteristik dari membran berpengaruh terhadap selektifitas dan permeabilitas/flux dalam proses pemisahan gas. Faktor lain yang mempengaruhi proses membran yaitu stabilitas, ketipisan, harga membran yang murah dan dapat menghasilkan luas permukaan yang tinggi dalam modul. Pemisahan membran dicapai saat beda permeat dikarenakan adanya perbedaan jumlah kelarutan material di dalam membran dan kecepatan difusi suatu material melewati membran.

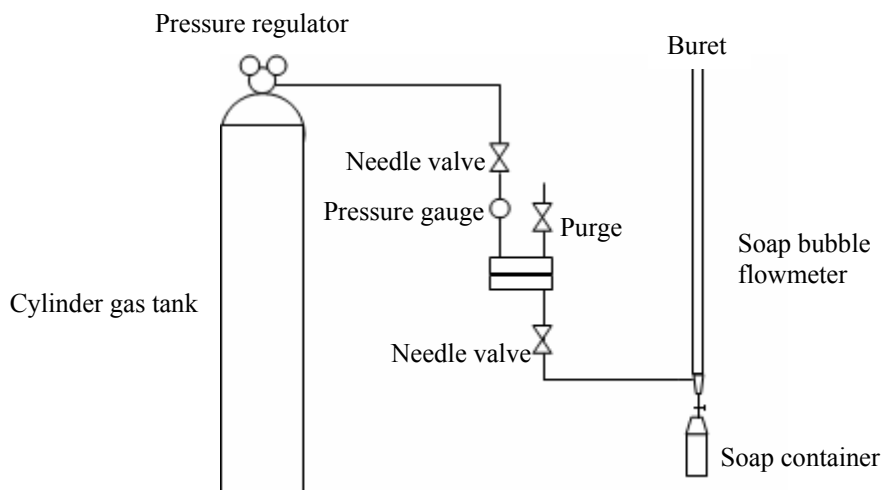
Penelitian awal tentang pemisahan gas berbasis membran dilakukan oleh J.K. Mitchell di Philadelphia pada awal tahun 1831. Dia meneliti bahwa balon yang terbuat dari karet alam yang diletakkan pada atmosfer dengan komposisi yang berbeda dari kondisi atmosfer, akan terjadi perpindahan massa gas dengan perbedaan kecepatan gas tergantung dari jenis gas. Hidrogen masuk ke balon lebih cepat dari udara, tetapi yang paling cepat adalah karbon dioksida.

Pada tahun 1866, Graham mengulangi penelitian Mitchel dengan menggunakan film karet alam dan membuat pengukuran kuantitatif kecepatan melewati membran untuk kali pertama. Dia mengenalkan model transfer gas melewati karet alam sebagai mekanisme difusi larutan dimana permeat larut di dalam material membran dan kemudian berdifusi melewati membran yang mempunyai gradien konsentrasi rendah.

2. Bahan dan Metode Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian terdiri dari tabung gas CO₂ dan N₂, pressure regulator, pressure gauge, sel permeasi, soap bubble flowmeter dan stopwatch.



Gambar 2.1. Alat permeasi gas

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah campuran asimetrik membran polietersulfon - zeolit untuk memisahkan CO₂ dan N₂.

2.2. Metode Penelitian

2.2.1. Pemanasan Membran

Sebelum tes permeasi, membran terlebih dahulu disiapkan dengan variabel heat treatment (tanpa pemanasan dan pemanasan) dan waktu pemanasan. Untuk variabel pemanasan digunakan suhu 180°C dan 200°C, sedangkan untuk variabel waktu adalah 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 menit. Masing-masing membran dipanaskan sesuai variabel di dalam oven/furnace.

2.2.2. Pengukuran Permeasi Gas

Tes permeasi dilakukan dengan sel permeasi gas dimana membran dipasang di sel dan ditekan pada sisi umpan. Kecepatan permeasi gas diukur dengan flowmeter buble soap. Membran yang diuji coba diletakkan di bagian bawah sel permeasi. Bagian atas kemudian disambung dengan bagian bawah dan diikat dengan karet O-ring. Gas umpan dimasukkan melalui bagian atas chamber dan arus permeat akan keluar dari lapisan membran dan mengalir dari bagian bawah chamber menuju buble soap flowmeter. Permeabilitas gas ditentukan dengan mengukur volume permeat dan lamanya waktu permeat untuk mencapai volume tersebut. Operasi tes permeasi gas dapat dijelaskan dengan gambar 3.1. Gas oksigen dan nitrogen akan berpermeasi melalui membran di dalam sel permeasi dengan input aliran puncak sebesar 1 bar yang secara respektif dengan aliran bawah yang dikondisikan pada tekanan atmosferik. Purging dengan uji gas dilakukan untuk mengukur permeasi masing-masing. Laju permeasi gas untuk asimetrik membran dapat dihitung sebagai berikut:

$$\left(\frac{P}{l}\right)_i = \frac{Q}{A \cdot \Delta P} \quad (1)$$

dimana (P/l) adalah tekanan normal flux atau permeabiliti untuk gas i (GPU), Q adalah laju alir volumetrik gas i , Δp adalah perbedaan tekanan saat melewati membran (cmHg), A adalah luas permukaan efektif membran (cm²) dan l adalah ketebalan membran. Selektifitas membran adalah kemampuan membran untuk meloloskan antar spesies dalam larutan asli dengan kata lain selektivitas adalah rasio permeabilitas dari dua gas.

Sehingga selektifitas α_{ij} dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut ini:

$$\alpha_{i/j} = \left(\frac{\left(\frac{P}{I}\right)_i}{\left(\frac{P}{I}\right)_j} \right) \quad (2)$$

2.2.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Morfologi membran ditentukan dengan menggunakan teknik *Field Emission Scanning Electron Membrane* (FESEM). Metode ini dapat digunakan untuk melihat permukaan dense membran dan substruktur pori membran serta elemen lain yang termasuk morfologi membran. Ada spesimen yang memotong menjadi dimensi yang kecil dan memecah bagian beku yaitu menggunakan nitrogen cair yang dimaksudkan untuk mendapatkan bagian silang (*cross section*). Percikan emas digunakan dalam teknik FESEM ini.

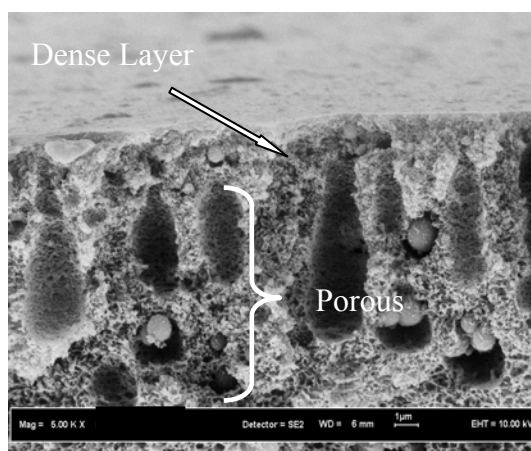
2.2.4. Spektroskopi

Orientasi molekular permukaan aktif flat sheet membran diukur dengan menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dengan orientasi dari kelompok fungsional yang spesifik dan dapat dengan mudah ditentukan secara visual. *Linier dichroism* adalah suatu fenomena dimana terdapat perbedaan dalam absorpsi antara polarisasi paralel dan radiasi perpendikular yang terpolarisasi yang dapat dianalisis. Pada mulanya *infrared dichroism* menyatakan bahwa ada pelurusan molekul tetapi ketika ketidakhadanya *infrared dichroism* menunjukkan orientasi molekul yang random (Ismail, dkk, 1997). Sampel membran kira-kira 14.5 cm² di ambil pada posisi permukaan membran yang berhadapan dengan balok infrared dan diputar sesuai arah shear. Spektrum linier dichroism diperoleh dari pelurusan subtraksi dari plane infrared spektra perpendikular yang terpolarisasi ke arah shear dan dari plane spektra infrared paralel ke arah shear.

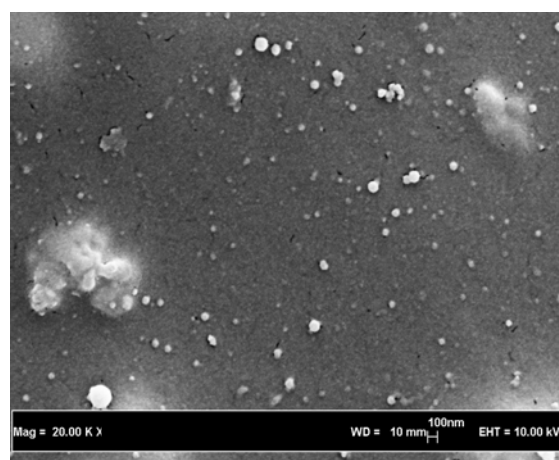
3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Morfologi Hasil dan Struktur Campuran Membran Asimetrik Polietersulfon – Zeolite

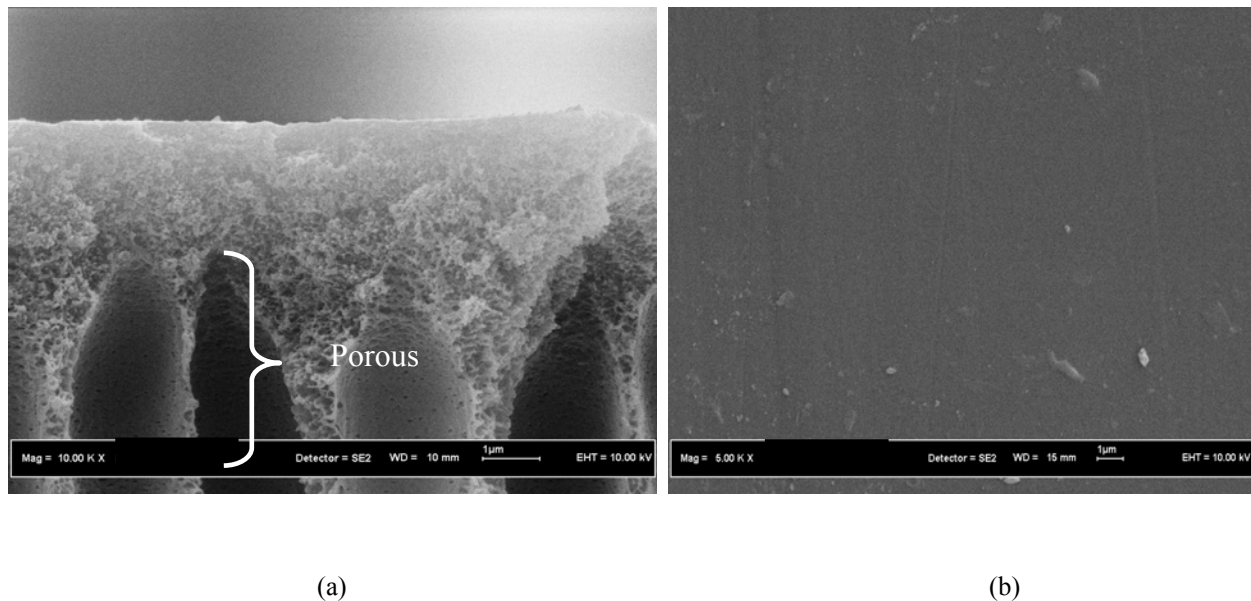
Hasil *Scan Elektron Microscopy* (SEM) Campuran Membran Asimetrik Polietersulfon - Zeolit dengan penampang melintang ditunjukkan oleh Gambar 3.1 untuk campuran membran tanpa pemanasan (a), dan pemanasan pada suhu 200°C (b). Kesemua membran menunjukkan morfologi membran yang tidak simetrik. Hal ini ditunjukkan adanya dua lapisan : Lapisan dense (aktif), dan lapisan porous substructure, struktur porous menjadi lebih dense ketika pemanasan di naikan. SEM menunjukkan, setelah pemanasan membran lebih rapat di bagian permukaan luar dan substruktur bila di bandingkan yang tidak dilakukan pemanasan. Sebagai hasilnya permeabilitas dari membran yang melalui pemanasan lebih rendah dari yang tidak dilakukan pemanasan, akan tetapi membran akan mempunyai selektivitas yang lebih tinggi seperti yang di tunjukkan pada Tabel 4.2 – 4.4. Hal ini sesuai dengan penelitian yang di lakukan oleh (Kapandaitakis, 1996)



(a)



(b)



Gambar 4.2 Struktur morfologi membran dengan pemanasan (200°C)
 (a). Penampang melintang (b).Permukaan membran

4.2. Pengaruh Pemanasan Terhadap TGA Dan DSC

Dari percobaan kami,di peroleh data yang menunjukkan bahwa membran polyether sulfon tanpa pemanasan,PES-Zeolite 180 °C,dan PES-Zeolite 200 °C,menunjukkan semakin tinggi suhu pemanasan membrane, maka semakin kecil *weight lost* yang di peroleh. Hal ini disebabkan ikatan molekul dalam membran semakin kuat dan permeabilitas semakin kecil. Seperti yang di presentasikan didalam Tabel 4.1. Hal ini di sebabkan ikatan molekul dalam membrane semakin kuat dan permeabilitas semakin kecil. Seperti yang di presentasikan didalam Table 4.1 Hal ini seperti yang terlihat pada Gambar 4.2 bahwa dengan dilakukan pemanasan lapisan dense layer akan semakin tebal. Tg semakin tinggi, pada Tabel 4.1, terlihat bahwa semakin tinggi suhu pemanasan maka Tg akan semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa dengan semakin tinggi suhu pemanasan, maka ikatan antar zeolit dengan polimer *host* akan semakin kuat, sehingga temperatur glass semakin tinggi. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Li dkk (1996).

Tabel 4.1 :Characteristic membran dengan menggunakan DSC dan TGA

Membranes	Weight Lost (mg) from TGA	Tg (°C)
PES	3.39	216.8
PES-Zeolite 180 °C	2.85	219.3
PES-Zeolite 200 °C	2.78	220.6

4.3 Kinerja pemisahan gas menggunakan campuran membran PES – Zeolit

Dalam penelitian yang kami lakukan,pada membrane campuran polyether sulfone – zeolit menunjukkan membran tanpa pemanasan memiliki selektivitas yang lebih kecil di bandingkan dengan membrane yang di panaskan.Dan untuk permeabilitas membrane tanpa dipanaskan lebih besar di bandingkan dengan pemanasan hal ini di sebabkan karena ikatan antara zeolit dengan polyethersulfon lemah sehingga terdapat banyak rongga yang menyebabkan permeabilitas tinggi.

Tabel 4.2 Membran tanpa pemanasan

TEKANAN	P/I N2	P/I CO2	S CO2/N2
0.5			
1			
1.5	0.00009887	0.000155	1.466572
2	0.0001596	0.000217	1.359649123

Tabel 4.3 Membran dengan pemanasan suhu 180 °C

TEKANAN	P/I N2	P/I CO2	S CO2/N2
0.5			
1			
1.5	0.0000439	0.000133	3.019589977
2	0.0004597	0.004788	10.41548836

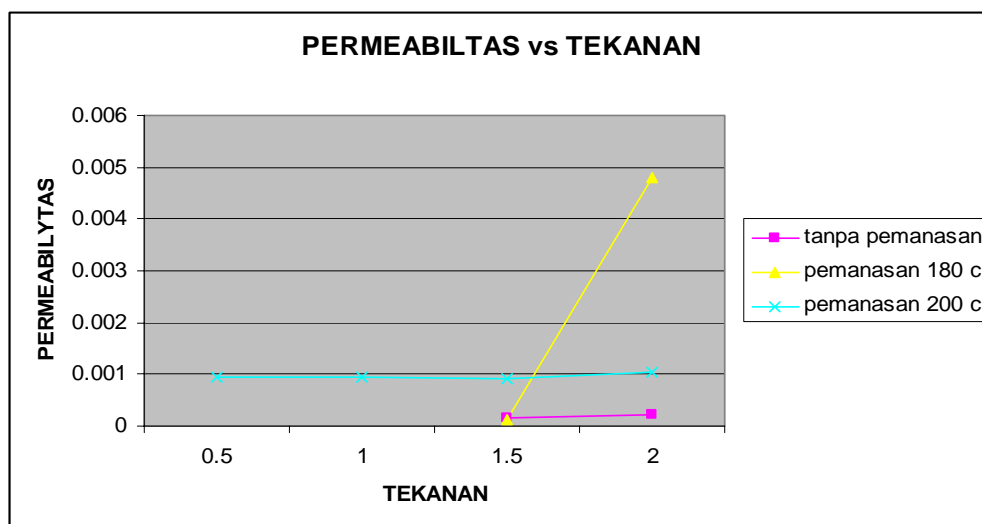
Tabel 4.4 Membran dengan pemanasan suhu 200 °C

TEKANAN	P/I N2	P/I CO2	S CO2/N2
0.5	0.0001532	0.000938	6.124021
1	0.0001013	0.000958	9.455084
1.5	0.0000842	0.000901	10.70546
2	0.0000912	0.001045	11.45614

Mekanisme perpindahan gas pada membran campuran PES – Zeolit melalui tiga cara yaitu : 1. Difusi – Knudsen, 2. Molekular sieving, 3. Difusi Larutan. Pada percobaan kami membran tanpa pemanasan mekanisme yang terjadi yang paling dominan adalah Difusi – Knudsen. Hal ini dapat dilihat pada selektivitas yang rendah. Difusi – Knudsen adalah penembusan gas melalui membran porous, mekanisme penembusan gas dapat di aplikasikan kedalam membran mikrofiltrasi dan ultrafiltrasi dimana gumpalan agregat dan ruangan antar gumpalan agregat berasal dari pori – pori. Untuk campuran gas biner selektivitas ideal (α_0) pada difusi Knudsen di berikan sbb:

$$\alpha_0 = [M_A/M_B]^{1/2}$$

yang menyebabkan selektivitas kecil. Pada membran yang dilakukan pemanasan mekanisme yang dominan adalah Solution – Difusion dan Molekular Sieving. Hal ini pada gambar 4.2 yang tidak terdapat rongga. Pada membran campuran membran Zeolit – PES dan di mana di hasilkan selektivitas yang tinggi.



Gambar 4.3 : Grafik Hubungan antara tekanan dan permeabilitas pada berbagai membran. Dari grafik diatas dapat dilihat, pada membran dengan pemanasan 200 °C lebih stabil terhadap CO₂. Oleh karena pemanasan dapat digunakan sebagai salah satu cara untuk mengurangi pengaruh plastisasi CO₂ pada membran.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil analisis SEM, membran yang di panaskan morfologinya lebih dense dibandingkan dengan membran tanpa pemanasan. Pada tekanan yang sama, permeabilitas membran dengan pemanasan lebih kecil dibandingkan dengan tanpa pemanasan. Sedangkan untuk selektivitasnya, pada tekanan yang sama membran yang di panaskan lebih besar dibandingkan tanpa pemanasan.

5.2 Saran

1. Tidak boleh terjadi kebocoran gas selama penelitian berlangsung
2. Membran tidak boleh cacat (berlubang ataupun terlipat) selama dalam penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Ismail, A. F. Shilton, S. J. Dunkin, I.R. 1997. Direct Measurement of Rheologically Induced Molecular Orientation In Gas Separation Hollow Fiber Membranes and Effects On Selectivity. *Journal of Membrane Science*. 126: 133-137.
- Kamiya, Y., Terada, K. Naito, Y. dan Wang, J.-S. 1995. Sorption, Diffusion, and Partial Molar Volume of C4 Hydrocarbons In Rubbery Polymers. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*. 33: 1663-1671.
- Kawakami, H. Mikawa, M. Nagaoka, S. 1996. Gas Transport Properties In Thermally Cured Aromatic Polyimide Membranes. *Journal of Membrane Science*. 118,223.
- Kesting, R.E., dan Fritzche, A.K. 1993. Polimeric Gas Separation Membranes. John Wiley&Son, Inc.
- Klopffer, M.H. dan Flaconnèche, B. 2001. Transport Properties of Gases In Polymers: Bibliographic Review. *Oil & Gas Science and Technology – Rev.IFP*, 56: 223-244.
- Koros, W.J dan G.K., Flemming. 1993. Membran-based Gas Separation. *Journal Membrane Science*, **83**, 1-80.
- Matsumoto, K., dan Xu, P.1993. Gas Permeatin of Aromatic Polyimides. *J. Appl, Poly, Sci*. 47, pp, 1961-1972.
- Naylor, T. V. 1989. Permeation Properties in Comprehensive Polymers Science, 2: 643-668. Pergamon Press.
- Pandey, P dan Chauhan, R.S. 2001. Membranes for Gas Separation. *Progress Polimer Science*, 26:853-893.
- Sada, , E., Kumazawa, H., Xu, P. dan Nishikawa, H. 1987. Gas Transport In Rubbery Polymers. *Journal of Applied Polymer Science* 33: 3037-3044.
- Shieh, J.-J. dan Chung, T.S. 2000. Cellulose Nitrate-Based Multilayer Composite Membranes for Gas Separation. *Journal of Membrane Science*, 224: 77-87.
- Stern, S.A. 1994. Polymer for Gas Separations: The Next Decade. *Journal Membrane Science*. 94. pp. 1-65.
- Tanioka, A., Obayaski, A., Kageyama, Y., Miyasaka, K. Dan Ishikawa, K. 1982. Effect of Carbon Filler on Sorption and Diffusion of Gases Through Rubbery Materials. *Journal of Polymer Science: Polymer Physics* 20: 2197-2208.
- www. wikipedia. Org